

METHOD FOR RECYCLING DISPLAY MATERIAL HAVING ADHESIVE**Publication number:** JP2001328849**Publication date:** 2001-11-27**Inventor:** HATTORI TAKUMA**Applicant:** TOMOEGAWA PAPER CO LTD**Classification:**

- International: B29B17/02; C03B3/02; C03C23/00; G09F9/00;
C03B3/02; B29B17/02; C03B3/00; C03C23/00;
G09F9/00; C03B3/00; (IPC1-7): C03B3/02; C03C23/00;
B29B17/02; G09F9/00

- European:**Application number:** JP20000147149 20000519**Priority number(s):** JP20000147149 20000519**Report a data error here****Abstract of JP2001328849**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for surely separating a display substrate such as glass from used display materials having adhesives, without remnants of the adhesives. **SOLUTION:** A display material having a transparent film pasted on the surface of the material with an adhesive containing a polyester resin or an acrylic resin is immersed in an alkaline solution and the transparent film and the adhesive are peeled off from the display material to obtain the display substrate for reuse.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J.P.)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-328849

(P2001-328849A)

(43) 公開日 平成13年11月27日 (2001.11.27)

(51) Int.Cl.

識別記号

C03C 23/00

B29B 17/02

G09F 9/00

// C03B 3/02

351

F I

C03C 23/00

B29B 17/02

G09F 9/00

C03B 3/02

ターミナル (参考)

A 4F301

4G014

351 4G059

5G435

審査請求 未請求 請求項の数 4 OL (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願2000-147149 (P2000-147149)

(22) 出願日

平成12年5月19日 (2000.5.19)

(71) 出願人 000153591

株式会社巴川製紙所

東京都中央区京橋1丁目5番15号

(72) 発明者 服部 琢磨

静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社

巴川製紙所電子材料事業部内

Fターム (参考) 4F301 AA13 AA14 AA15 AA20 AA25

AA28 AB01 AB03 BF08 BF31

4G014 AB00

4G059 AA07 AC30

5G435 AA19 GG01 HH20 KK10

(54) 【発明の名称】 粘着剤付ディスプレイ材料のリサイクル方法

(57) 【要約】

【課題】 粘着剤付ディスプレイ材料から、貼着物の「糊残り」を生ずることなく、確実にガラス等のディスプレイ基材を分別する方法を提供する。

【解決手段】 ディスプレイ基材の表面に、ポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する粘着剤を介して透明フィルムを貼着したディスプレイ材料をアルカリ性溶液に浸漬した後、該ディスプレイ基材から透明フィルムと粘着剤を剥離し、再利用のためのディスプレイ基材を分別する方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ディスプレイ基材の表面にポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する粘着剤を介して透明フィルムを貼着したディスプレイ材料を、アルカリ性溶液に浸漬した後、該ディスプレイ基材から透明フィルムと粘着剤を剥離し、再利用のためのディスプレイ基材を分別することを特徴とする粘着剤付ディスプレイ材料のリサイクル方法。

【請求項2】 ディスプレイ基材の表面にポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する粘着剤を介して透明フィルムを貼着したディスプレイ材料から、透明フィルムを剥離した後、該ディスプレイ材料をアルカリ性溶液に浸漬して該ディスプレイ基材表面に付着した該粘着剤を除去し、再利用のためのディスプレイ基材を分別することを特徴とする粘着剤付ディスプレイ材料のリサイクル方法。

【請求項3】 前記ディスプレイ材料を浸漬するアルカリ性溶液の温度が15～100℃であることを特徴とする請求項1又は2に記載の粘着剤付ディスプレイ材料のリサイクル方法。

【請求項4】 前記ディスプレイ材料を浸漬するアルカリ性溶液が流動していることを特徴とする請求項1又は2に記載の粘着剤付ディスプレイ材料のリサイクル方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、粘着剤を介して透明フィルムを貼着したディスプレイ材料から、ガラス等のディスプレイ基材を分別するリサイクル方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、家電、情報機器の高機能化、小型・軽量化にともないディスプレイ前面に粘着剤を介して各種機能を有する機能性フィルムを貼着することが多くなった。例えば、(1) ガラス基材の表面に色度や透過率の調整、反射防止、防眩機能を付与した透明フィルムを貼着したCRT(カソードレイチューブ)、(2) パネルの前面に赤外線カットや電磁波遮蔽機能を有する透明フィルムを貼着したPDP(プラズマディスプレイパネル)等が代表例である。前記(1)の方法の具体例としては、CRTを着色する場合、従来はガラス自身を着色していたものを、最近は着色粘着剤を介してフィルムをCRT前面に貼着して色度調整をするようになり、該フィルムには反射防止など機能を有するフィルムが用いられるようになった。また、後者(2)の方法では透明な樹脂板又はガラスに色補正のための粘着フィルムや反射防止機能を有するフィルムが貼着してPDPを形成するようになった。一方、最近、省資源、エコロジーの立場から家電製品や電子機器類の部品の再利用の要求が高まり、本発明の粘着剤付ディスプレイ材料もその例外ではない。

【0003】 このような、最近の動向にともなう、粘着フィルムを貼着した電子ディスプレイ材料においても、ガラス等のディスプレイ基材を貼着フィルムから分別してリサイクルする技術の要望が高まっている。従来技術によりディスプレイ材料からディスプレイ基材を分別するには、CRTに貼着された粘着シートを外力を用いて剥がすことが提案されていた。しかし、この方法では粘着剤が残りやすい、いわゆる「糊残り」という問題が発生した。これは、CRT、PDPは絶えず少量の電磁波が発生しているので粘着剤が変質し、粘着剤は当初より強固に粘着することに起因するものと思われる。そこで、ガラスのリサイクルを進めて行くため、粘着剤の「糊残り」を起こさず容易にフィルムを剥離する技術が求められていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、粘着剤付ディスプレイ材料からガラス等のディスプレイ基材を分別する際に生じやすい、粘着剤の「糊残り」を解決することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明の粘着剤付ディスプレイ材料の第1のリサイクル方法は、ディスプレイ基材の表面にポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する粘着剤を介して透明フィルムを貼着したディスプレイ材料を、アルカリ性溶液に浸漬した後、該ディスプレイ基材から透明フィルムと粘着剤を剥離し再利用することを特徴とする。本発明の粘着剤付ディスプレイ材料の第2のリサイクル方法は、ディスプレイ基材の表面にポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する粘着剤を介して透明フィルムを貼着したディスプレイ材料から、透明フィルムを剥離した後、該ディスプレイ材料をアルカリ性溶液に浸漬して該ディスプレイ基材表面に付着した該粘着剤を除去し、再利用のためのディスプレイ基材を分別することを特徴とする。

【0006】

【発明の実施の形態】 先ず、本発明に適用するディスプレイ材料について詳説する。該ディスプレイ材料のディスプレイ基材としては、電子ディスプレイ、すなわち、CRT、PDP、液晶、EL、PLALCD(プラズマアドレス液晶ディスプレイ)等の構成材として使用されている、ガラス、石英、透明樹脂板が該当する。該透明樹脂板はアルカリ性溶液で溶解しない材質であれば使用でき、具体的には、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエーテルエーテルケトン、スチレン、アクリル樹脂、ポリエチレンテレフタレート等が好ましく、中でもリサイクルしやすい熱可塑性樹脂が好適である。

【0007】 ディスプレイ材料を構成する前記粘着剤は、ポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する。該粘着剤は-40℃～80℃のいずれかの温度で粘着性を発現するものであり、ポリエステル系樹脂又はア

クリル系樹脂を粘着剤組成物中に樹脂成分として50重量%以上含有することが好ましく、80重量%以上含有することがより好ましい。ポリエステル系樹脂は酸成分とアルコール成分の縮合により得られるエステル結合を有する樹脂であり、アクリル系樹脂はアクリル基を有するモノマーのラジカル重合により得られる樹脂である。ポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂が50重量%未満であると、粘着剤のディスプレイ基材からの剥離性が低下するのでアルカリ性溶液に浸漬するのに長時間を要する。該粘着剤はポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂の中でも、(メタ)アクリレート樹脂及びその共重合体が剥離性に優れるので好ましい。該(メタ)アクリレート樹脂及びその共重合体に用いる(メタ)アクリレート(単量体)は、炭素数1~12のアルキル基を有するものであり、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、n-プロピル(メタ)アクリレート、イソプロピル(メタ)アクリレート、n-ブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、ペンチル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、n-オクチル(メタ)アクリレート、イソオクチル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレートなどが挙げられ、これらは単独または2種類以上組み合わせて共重合体として用いることができる。前記(メタ)アクリレート以外の不飽和二重結合を有する単量体、例えば、オレフィン系、ビニル系を共重合成分とすることもできる。また、前記(メタ)アクリレート単量体と下記官能基を有する単量体とを共重合し、この官能基と反応する架橋剤を用いて架橋することもできる。該官能基を有する単量体としては、(メタ)アクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、クロトン酸等のカルボキシル基を有する単量体、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、2-ヒドロキシビニルエーテル等のヒドロキシル基を有する単量体、N,N'-ジメチルアミノエチルアクリレート、N-ヒポブチルアミノエチルアクリレート等のアミノ基を有する単量体、グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレート等のエポキシ基を有する単量体が挙げられる。

【0008】また、前記官能基と反応する架橋剤としては、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、トリメチロールプロパン変性トリレンジイソシアネート等の多官能イソシアネート系架橋剤、エチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル等の多官能エポキシ架橋剤である、N,N'-ヘキサメチレン-1,6-ビス(1-アジリジニカルボキシアミド)、トリメチロールプロパン-トリ-β-アジリジニルプロピオネート等の多官能アジリジン系架橋剤、アルミニウムのアセチルアセトン錯体等の金属キレート系架橋剤、ベンジイルパーオキサ

イド等の過酸化物系架橋剤、メラミン系架橋剤などが挙げられ、これらは単独または2種類以上組み合わせて使用することができる。

【0009】前記粘着剤を構成する樹脂の重量平均分子量は1~500万、好ましくは10~200万である。なお、重量平均分子量はゲルパーミュエーションクロマトグラフィーにて、スチレンを標準として測定した。また、前記粘着剤を構成する樹脂のガラス転移温度は10℃以下が好ましく、より好ましくは-100~0℃、最適には-80~-15℃である。また、前記粘着剤は樹脂以外の成分を含有してもよい。該樹脂以外の成分としては、可塑剤、タンキファイヤー、シランカップリング剤等の粘着特性改質剤、カーボン、顔料、染料等の着色剤、シリカ、二酸化チタン、アルミナ、金属粉、金属酸化物粉等の無機フィラー、樹脂微粒子、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤等があげられ、それぞれ目的に応じて使用される。例えば、前記した一部のCRTには色補正等のためカーボン及び/又は顔料を含有した粘着剤が使用される。

【0010】ディスプレイ材料を構成する前記透明フィルムは、厚さが10~500μmのものが好ましく用いられ、より好ましくは30~200μmのものである。厚さが10μm未満ではフィルムの取り扱い性が悪く、500μmを超えて厚いと光透過性が劣ることに加えてフィルムのフレキシビリティが悪くなる。該透明フィルムの好ましい材質は、ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィンフィルム、ポリエチレンテレフタレート(PET)等のポリエステルフィルム、ポリエーテルケトン、トリアセチルセルロース、ポリパラベン酸等があり、安価で透明性に優れたポリオレフィンフィルム及びポリエステルフィルムが好ましく使用される。なお、該透明フィルムの一面には反射防止処理、防眩処理等の光学的処理がなされていることが望ましい。また、該透明フィルムはヘイズ値30%以下であり、好ましくは20%以下、最適には10%以下であり、下記式にて求められる。ヘイズ(%)=(散乱光強度/全光線透過強度)×100本発明のリサイクル方法に用いるディスプレイ材料は、例えば、該透明フィルムの一面に粘着剤層を積層して該ディスプレイ基材に貼着し、必要に応じて加熱等の硬化処理を行って形成される。

【0011】本発明の粘着剤付ディスプレイ材料のリサイクル方法に用いられるアルカリ性溶液は、pHが8以上であることが好ましく、該溶液のpHは10以上がより好ましい。更に好ましいpHは11以上、最適には12以上である。pHを高めに設定することで、剥離が容易になりアルカリ性溶液に浸漬する時間が短縮されるのでより好ましい。該アルカリ性溶液は水溶液中でアルカリ性を示す塩を水に溶かして容易に調製することができる。該塩としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸ナトリウム、水酸化アンモニウム、炭酸ナト

リウム／炭酸水素ナトリウムなどがあげられ、中でも水酸化ナトリウム及び／又は水酸化カリウムが安価で粘着剤組成物の剥離性も良好なため好ましく用いられる。

【0012】本発明の粘着剤付ディスプレイ材料の第1のリサイクル方法は、ディスプレイ基材の表面にポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する粘着剤を介して透明フィルムを貼着した前記ディスプレイ材料を、アルカリ性溶液に浸漬した後、該ディスプレイ基材から透明フィルムと粘着剤を剥離し、再利用のためのディスプレイ基材を分別することを特徴とする。まず、前記ディスプレイ材料をアルカリ性溶液にそのまま数分から48時間浸漬する。この時、該アルカリ性溶液の温度は15～100℃が好ましく、より好ましくは20～95℃、好適には25～85℃で、最適には30～80℃である。15℃未満では浸漬に要する時間がかかり、100℃を超えると突沸が発生する危険がある。該溶液は加圧して100℃以上の温度で使用することも可能である。また、前記アルカリ性溶液は槽内で緩やかに流動することが好ましい。具体的には攪拌羽根などで該溶液を流動させることで、粘着剤が剥離しやすくなるので好ましい。また、アルカリ性溶液をシャワー式に粘着剤及び透明フィルムに直接噴射することも効果的で好ましい。

【0013】次いで、該ディスプレイ材料をアルカリ性溶液から取り出して、透明フィルム及び粘着剤を剥離し、再利用のためのディスプレイ基材を分別する。この時、弱い外力、すなわち、フィルム的一端を掴んで剥がす外力を加えると弱い力でも粘着剤層の凝集破壊を起こすことなく容易に剥離できるので好ましい。この時、必要に応じて、ディスプレイ材料をアルカリ性溶液から取り出した後、水洗してもよい。また、水洗の前処理として弱酸性溶液で中和することも好ましい。

【0014】本発明の粘着剤付ディスプレイ材料の第2のリサイクル方法は、ディスプレイ基材の表面にポリエステル系樹脂又はアクリル系樹脂を含有する粘着剤を介して透明フィルムを貼着したディスプレイ材料から、透明フィルムを剥離した後、該ディスプレイ材料をアルカリ性溶液に浸漬して該ディスプレイ基材表面に付着した該粘着剤を除去し、再利用のためのディスプレイ基材を分別することを特徴とする。該ディスプレイ材料から透明フィルムを剥離する際、ある程度の外力を加えて透明フィルムを剥離する。この際、粘着剤はディスプレイ基材に「糊残り」する。「糊残り」したディスプレイ基材をアルカリ性溶液に浸漬して粘着剤を容易に除去することができる。これら各工程での浸漬時間、浸漬温度及びアルカリ性溶液の槽内での好ましい態様は前記第1のリサイクル方法で述べたとおりである。本発明のリサイクル方法によりディスプレイ材料から分別されたガラス等のディスプレイ基材は、ガラス工場に戻され原則として再利用されるが、そのまま粘着剤を介して機能性透明フィルムを貼着し、ディスプレイ材料として再使用するこ

とも可能である。

【0015】

【実施例】以下、本発明を実施例によって説明する。

〔(メタ)アクリレート共重合体粘着剤の合成〕温度計、攪拌機、還流冷却管、窒素導入管を備えたフラスコ中にn-ブチルアクリレート94重量部、アクリル酸5重量部、2-ヒドロキシエチルアクリレート1重量部、過酸化ベンゾイル0.3重量部、酢酸エチル40重量部、トルエン60重量部を投入し、窒素導入管より窒素を導入しフラスコ内を窒素雰囲気とした後、65℃に加温して10時間重合反応を行い、重量平均分子量約120万、T_g約-49℃のアクリルポリマー溶液を得た。このアクリルポリマー溶液に固形分が20%となるように酢酸エチルを加え、さらに固形分100重量部に対してポリイソシアネート（日本ポリウレタン工業社製、商品名：コロネートL）1重量部を加え、粘着剤塗工液とした。

（第1の剥離試験用サンプルの作製）剥離処理を施した厚さ3.8μmのPETフィルムの一面に、上記組成の粘着剤塗工液を乾燥後の厚さが25μmになるよう塗布し、100℃で3分間乾燥して粘着剤フィルムを作製し、該フィルムを23℃で1週間エージングした。次いで該粘着剤フィルム（25mm幅）の粘着剤層を、ディスプレイ基材に見立てた厚さ2mmのソーダガラス板（日本板硝子社製、商品名：FT2.0）にラミネーターで貼合せ、80℃の恒温槽に500時間投入して粘着剤層を硬化させて第1の剥離試験用サンプルを得た。

【0016】〔実施例1〕該第1の剥離試験用サンプルのPETフィルムを剥がし、該サンプルをpH1.4の水酸化カリウム溶液（液温25℃、溶液はスターラーで攪拌）中に浸漬した。8時間後、粘着剤層はガラス板からそのままの形状で完全に剥離した。

【0017】〔実施例2〕溶液温度を60℃にした以外は、実施例1と同様にして液中にサンプルを浸漬した。15時間後、粘着剤層はガラス板からそのままの形状で完全に剥離した。

【0018】〔実施例3〕溶液温度を80℃にした以外は、実施例1と同様にして液中にサンプルを浸漬した。1時間後、粘着剤層はガラス板からそのままの形状で完全に剥離した。

【0019】〔実施例4〕アルカリ性溶液をpH1.2の水酸化カリウム溶液（液温80℃）にした以外は、実施例3と同様にして液中にサンプルを浸漬した。3時間後、粘着剤層はガラス板からそのままの形状で完全に剥離した。

【0020】〔実施例5〕アルカリ性溶液をpH1.0の水酸化ナトリウム溶液（液温80℃）にした以外は、実施例3と同様にして液中にサンプルを浸漬した。6時間後、粘着剤層はガラス板からそのままの形状で完全に剥離した。

【0021】(第2の剥離試験用サンプルの作製) 厚さ188 μ mのPETフィルム的一面に、前記粘着剤塗工液を乾燥後の厚さが25 μ mになるよう塗布し、100℃で3分間乾燥して粘着剤層付フィルムを作製し、該フィルムを23℃で1週間エージングした。次いで該粘着剤層付フィルムを実施例1で使用したガラス板にラミネーターで貼合せ、80℃の恒温槽に500時間投入し、粘着剤層を硬化させて第2の剥離試験用サンプルを得た。

【0022】【実施例6】該第2の剥離試験用サンプルをpH14の水酸化カリウム溶液(液温25℃、スターラーで攪拌)中に浸漬した。12時間後に液中から取り出して水洗した後、PETフィルム的一端を掴んで引き剥がしたところ(300mm/min、180°ピール試験)、2.9N/25mmの力で引き剥がすことができ、粘着剤層はPETフィルムとともにガラスから完全に剥離できた。

【0023】【実施例7】水酸化カリウム溶液の液温を60℃にした以外は、実施例6と同様にして液中にサンプルを浸漬した。6時間後に液中から取り出して水洗した後、PETフィルム的一端を掴んで引き剥がしたところ(300mm/min、180°ピール試験)、2.7N/25mmの力で引き剥がすことができ、粘着剤層はPETフィルムとともにガラスから完全に剥離できた。

【0024】【実施例8】アルカリ性溶液をpH12の水酸化カリウム溶液(液温80℃)にした以外は、実施例6と同様にして液中にサンプルを浸漬した。6時間後に液中から取り出して水洗した後、PETフィルム的一端を掴んで引き剥がしたところ(300mm/min、180°ピール試験)、2.7N/25mmの力で引き剥がすことができ、粘着剤層はPETフィルムとともにガラスから完全に剥離できた。

【0025】【比較例1】水酸化カリウム水溶液を純水(pH7、液温25℃)に代えた以外は、実施例1と同様にして第1の剥離試験用サンプルを浸漬した。2週間浸漬しても、粘着剤層はガラス板から剥離しなかった。

【0026】【比較例2】水酸化カリウム水溶液を酢酸エチルに代えた以外は、実施例1と同様にして第1の剥離試験用サンプルを浸漬した。2週間浸漬しても、粘着剤層はガラス板から剥離しなかった。

【0027】【比較例3】水酸化カリウム水溶液をメチルエチルケトンに代えた以外は、実施例1と同様にして

第1の剥離試験用サンプルを浸漬した。2週間浸漬しても、粘着剤層はガラス板から剥離しなかった。

【0028】【比較例4】水酸化カリウム水溶液をメタノールに代えた以外は、実施例1と同様にして第1の剥離試験用サンプルを浸漬した。2週間浸漬しても、粘着剤層はガラス板から剥離しなかった。

【0029】【比較例5】水酸化カリウム水溶液をpH5.5の酢酸溶液に代えた以外は、実施例1と同様にして第1の剥離試験用サンプルを浸漬した。2週間浸漬しても、粘着剤層はガラス板から剥離しなかった。

【0030】【比較例6】水酸化カリウム水溶液を純水に変えた以外は、実施例3と同様にして第1の剥離試験用サンプルを浸漬した。2週間浸漬しても、粘着剤層はガラス板から剥離しなかった。

【0031】【比較例7】比較例1の剥離試験用サンプルを第2の剥離試験用サンプルに代えた以外は比較例1と同様にしてサンプルを2週間浸漬した。PETフィルム的一端を掴んで引き剥がしたところ(300mm/min、180°ピール試験)21.6N/25mmで粘着剤層は凝集破壊を起こし、ガラスに粘着剤が多量に付着した状態でPETフィルムが剥がれた。

【0032】上記結果から明らかなように、本発明のリサイクル方法を用いた実施例1～8の剥離試験では粘着剤がガラス面に残ることなく容易に剥離できた。それに対して、比較例1～7の方法では2週間に要しても粘着剤層はガラスから剥離できなかった。また、実施例6～8ではピール強度2.9N/25mm以下の力で「糊残り」することなくPETフィルムを剥がすことができたのに対して、比較例7では21.6N/25mmの力でPETフィルムが剥がれたが、ガラス面に粘着剤が多量に付着する「糊残り」が発生した。

【0033】

【発明の効果】本発明の粘着剤付ディスプレイ材料のリサイクル方法は、ディスプレイ基材から容易に粘着剤及び透明フィルムを剥離することができるので、再利用のためのガラス等のディスプレイ基材を確実に分別することが可能になった。さらに、浸漬液のpHを高くすること及び/又は溶液温度を高くすることで剥離に要する時間を短縮することが可能である。本発明は、CRT、PDP、液晶等の電子ディスプレイに貼着された着色粘着フィルム、反射防止フィルム、防眩フィルム、電磁波遮蔽フィルム、赤外線遮蔽フィルム等の機能性フィルムを剥離するのにも容易に適用できる。